

LABORATORIO INDUSTRIÁL EXPERIMENTAL

DE LA

SECRETARIA DE INDUSTRIA, COMERCIO Y TRABAJO

CONTRIBUCION AL ESTUDIO

DE LA

FLORA INDUSTRIAL MEXICANA

CUADERNO I

LA CANDELILLA

MEXICO, FEBRERO DE 1921

DEPARTAMENTO UNIVERSITARIO Y DE BELLAS ARTES

DIRECCION DE TALLERES GRAFICOS

MEXICO

PROLOGO

En distintas épocas ha sido intento de más o menos éxito entre los naturalistas, el trascendental estudio de la Flora Mexicana, confirmando este aserto, lo que tendiendo a tal propósito, es sabido de Hernández, Sesse y Mociño, cuyos monumentales trabajos son dignos del respeto y admiración de los sabios.

Fué una finalidad en época posterior, para el Doctor Don Fernando Altamirano, aprovechar los datos de Hernández en lo que posible fuera, toda vez que el trabajo del médico de Felipe II, basado en su mayor parte en datos empíricos, y de orientación médica, necesitaba ponerse en claro, ordenarse, etc., etc., para poder utilizarse desde el aspecto botánico puro. Los ideales del doctor Altamirano constituyeron asunto capital de los programas botánicos del extinto Instituto Médico Nacional, cuyos trabajos a este respecto acopiaron datos a los que se habían reunido antes sobre tan interesante problema. En nuestros días labora con buen resultado la Sección de Botánica de la Dirección de Estudios Biológicos, debiéndose a ella un gran número de trabajos sobre la flora de nuestro país, desde el punto de vista meramentete botánico.

Pero de igual modo que la flora europea ha requerido el acumulado trabajo de muchos sabios y la extinción de muchas generaciones, para dar cima a tan monumental obra; entre nosotros transcurrirán varias centurias y se apagarán muchas vidas, para alcanzar el fin de esta labor grandiosa.

El personal del Laboratorio Industrial Experimental, quiere colaborar en esta patriótica empresa, pero ciñéndose de preferencia a estudiar y a hacer del dominio público, los datos de interés industrial y comercial que puedan derivarse de nuestra rica flora, copiosa en productos amilíferos, tanantes, resiníferos,

oleosos, aromáticos, cauchíferos, sacarinos, balsámicos, colorantes, etc., etc., sin desdeñar, por de contado, los datos precisos de clasificación y otros conexos, que caracterizan estos magníficos elementos, cuyo consumo dará riqueza y fama a nuestro país, cuando en el propio y en el amplio mercado extranjero, sea perfectamente conocido y aquilatado su valor industrial, demostrado por los estudios que dé a luz el expresado Laboratorio. De estas materias se hará una selección, conforme a su importancia, para dar a conocer las de mayor significación, industrialmente consideradas.

Se harán del dominio público, por consecuencia, los estudios individuales que han surgido con motivo de necesidades industriales, desentendiéndonos, por hoy, de la ordenación que requiere la flora, desde el punto de vista sistemático.

No se desprende tal intento de la finalidad del Ministerio a que pertenecemos, puesto que su objetivo es el fomento de la industria en sus más amplias manifestaciones.

Expuesto tan interesante y trascendental propósito, que, por su amplitud apenas podemos principiar, pues son innumerables los ejemplares útiles que enriquecen nuestro vasto territorio, pensamos que su sola iniciación y el encauzamiento de tan magno tema, bastará para prestigio del Gobierno que en su haber, cuenta con la fundación del bien organizado Laboratorio Industrial y Experimental.

LA CANDELILLA

Por el año de 1905, el extinguido Instituto Médico Nacional inició el estudio de la Candelilla, principiando por plantar un ejemplar y cuando llegó a la floración, procedió a clasificarla el Señor Don Gabriel Alcocer, dándole el nombre de Euphorbia cerífera, nombre con el que es conocida actualmente y haciendo de la planta la descripción siguiente:

"Planta vivaz de cepa grasa, tuberiforme y leñosa; tallos o ramos múltiples, mimbreados, levemente flexuosos; algunos subdicótomos, cilíndricos, estrangulados en algunos nudos; lampiños y de color verde glauco; tienen de 30-45 centímetros y a veces hasta de 75-80 de largo y 5 milímetros de diámetro. (Figura número 1.)

Hojas caulinares esparcidas y distantes; sumamente pequeñas y por lo mismo poco visibles en los tallos tiernos, son caedizas en los adultos y dan a los ramos del vegetal el aspecto de áfilos. Su color es moreno-rojizo obscuro, y llevan diseminados pequeños pelos blancos. Su forma no es común; la lámina colorida—casi siempre encorvada o retorcida—de base ancha, se estrecha en seguida para ensancharse después, formando un limbo lineal-lanceolado, acuminado de 3, 4 ó 5 milímetros de largo por 1 milímetro o menos, de ancho, en su parte media. Esta lámina se articula sobre un peciolo verde, carnoso, hinchado, que se funde en el tallo y lateralmente se dilata para sostener las estípulas (rudimentarias) rojizas y vellosas, que parecen dos puntos coloridos.

"Los ramos llevan en su extremidad superior grupos de 2-4 hojas tiernas (yema terminal), lanceoladas y a veces coloridas, en las que es más visible la tumefacción del peciolo que disminuye gradualmente de arriba abajo, hasta ser poco aparente en las cicatrices inferiores.

"Las inflorescencias axilares, son cimas uníparas contraídas, con involucros muy pequeños, coloridos, vellosos y caedizos, unos completos y otros incompletos. Los involucros completos que tienen un pedicelo corto y rollizo, con dos brácteas, oval-agudas y opuestas a su base, son casi hemisféricos y llevan en su borde 5 lóbulos membranosos, divididos en dos grandes dientes, cuyos márgenes son aflecado-dentados y alternan con 5 glándulas reniformes y enteras (a veces divididas por un estrangulamiento de su parte media en dos redondas o discoideas), de color rojizo o púrpura obscuro, con pelitos escamosos blancos; glándulas que llevan un apéndice oval petaloide y extendido, 2-3-dentado en su extremo libre, y que blanco o rosado por encima, suele ser de color obscuro, casi morado por debajo.

"Flores masculinas 4, articuladas al nivel de las glándulas, con las anteras separadas y divergentes y las bracteolas numerosas, blancas y aflecadas.

"Flor femenina con los caracteres comunes del género, siendo 2-fidos los estilos rojos; y lo mismo los tiene el pequeño fruto, pedicelado y 3-lobado, de 3-4 milímetros de largo, y cuyos tres granos son foveolados.

"Los involucros incompletos, carecen de la flor central femenina; y como fueron los únicos que florecieron y se observaron durante el año de 1909, en la planta viva que posee el Instituto Médico, se aseveró que la especie debía ser dioica; pero habiendo floreado en este año los involucros incompletos, debe considerarse la planta como polígama.

"El color blanquizco de los tallos depende de la gran cantidad de cera vegetal de que está revestida su epidermis, lo que ha dado lugar a diversos ensayos de explotación de esa cera y probablemente el origen del nombre vulgar es a la vez, la forma especial de los ramos y la circunstancia de estar cargados de cera; esta circunstancia induce a proponer, como nombre específico, el de *Euphorbia cerífera*, que está al frente de esta descripción."

La Candelilla vegeta en los Estados del Norte de nuestro país y en los del Sur de la República vecina del Norte.

Se han recibido ejemplares de Oaxaca, Baja California y Estados vecinos.

Es una planta que ha llamado la atención desde hace algunos años, por la cera que produce, y a este producto se limita-

CANDELILLA



EUPHORBIA CERIFERA, ALCOCER

Fig. núm. 1. (Tomada del folleto del ex-Instituto Médico Nacional.)

ban los datos que se tenían acerca de ella. La explotación de la cera la hacían los campesinos del Norte y la hacen actualmente de una manera muy primitiva y que acarrea una gran pérdida de producto. Consiste su procedimiento en encerrar la candelilla entera o ligeramente dividida en cajas de red de alambre y colocar estas cajas dentro de un perol lleno de agua, haciéndolas permanecer en el fondo por medio de objetos pesados, como piedras, etc.; se calientan hasta la ebullición, y la cera, como producto epidérmico, fundida por la acción del calor, se reune en la superficie del líquido; esto no evita que se mezcle con la cera una poca de resina que la planta contiene, y que aprisione buena cantidad de humedad, además de resultar el producto de color moreno o amarillento.

La demanda cada vez mayor de la cera de candelilla hizo pensar al director del Laboratorio Industrial Experimental en la conveniencia de hacer un estudio detenido de dicha planta, con objeto de fijar su composición, y a la vez, los medios más prácticos para aprovechar lo que en ella se encontrara.

A este efecto, se principio por hacer ún estudio microscópico de la planta, seguida de multitud de observaciones hechas en escala industrial.

La planta entera conserva relativamente bien su humedad, y por incisiones practicadas en la epidermis, deja salir un líquido lechoso que es una gomo-resina, de acción purgante muy enérgica, y se tiene noticia de que en los Estados del Norte se acostumbra emplear dicho jugo como purgante drástico, a la dosis de una gota para los adultos. La planta dividida en fragmentos pierde la humedad con una rapidez sorprendente. Muchas observaciones llevadas a cabo en el Laboratorio, han demostrado que la humedad de la planta está comprendida entre 50 y 55 %, y para hacer más uniformes las observaciones, se acordó hacer todas las valoraciones sobre la candelilla secada a la estufa, que, como se ha dicho, representa, aproximadamente, la mitad del peso de la planta fresca.

Su estudio microscópico es el siguiente: (Figura número 2.)

En la parte central del corte, una delgada médula de celdillas poligonales, de paredes gruesas. La madera de estructura radiada, tiene rayos medulares de dos series de celdillas. La zona de cambio se encuentra bastante bien marcada y sigue hacia afuera un parénquima de celdillas irregulares conteniendo

fécula y dejando espacios en que se encuentran los canales laticíferos. En la periferia hay una zona regular de celdillas cuadradas, y se hace notable la existencia de una capa gruesa de cutina, sobre ésta se encuentra una capa de cera, y en algunos lugares verdaderos pelos ceríferos, impropiamente llamados de esta manera, pues son especies de bastoncitos, que tienen el aspecto de pelos. Esta observación sirvió para confirmar que la mayor parte de la cera de la planta se encuentra colocada superficialmente y que el manejo constante es causa de pérdida de la materia, que se desprende en forma de polvillo blanco, con

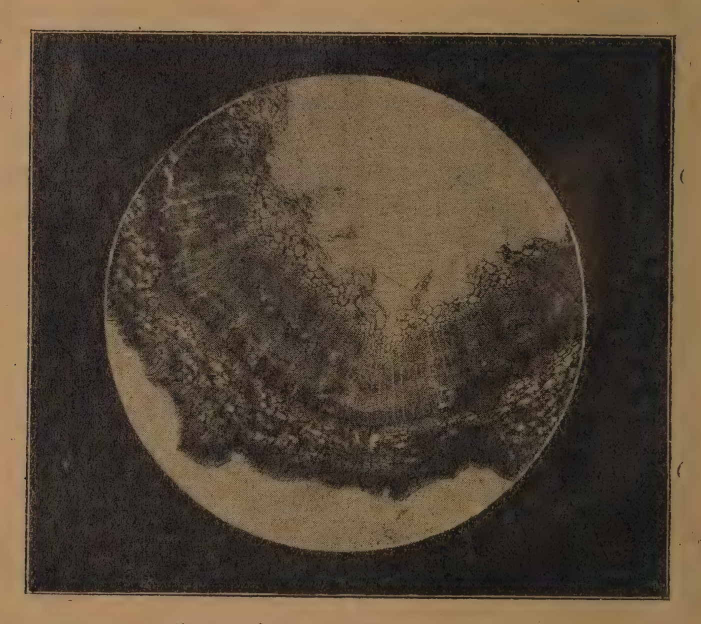


Figura núm. 2.—Corte de candelilla.

mayor facilidad, como se ha dicho, en la planta seca que en la fresca. Sin embargo, no toda la cera existe en la epidermis, y cierta cantidad se encuentra en las celdillas más exteriores y sale por orificios especiales, lo cual explica por qué los industriales no obtienen todo el rendimiento que se obtiene en los laboratorios, agotando la planta por disolventes neutros. De aquí que el agotamiento se haya hecho en el Laboratorio, siempre sobre la planta desmenuzada y no sobre la planta entera o ligeramente dividida, como lo acostumbran los industriales.

Este procedimiento tiene, sin embargo, un inconveniente, con el cual se ha luchado por espacio de muchos meses, y es el siguiente: la cera obtenida por ebullición, arrastra poca cantidad de resina y poca clorofila, obteniéndose un producto comercial de color moreno claro, en tanto que, por el uso de los disolventes sobre la planta dividida, se obtiene un producto más rico en resinas que en cera y extremadamente colorido en verde por la clorofila, siendo después muy difícil la decoloración del producto.

La cera de candelilla fué estudiada en el Instituto, por el señor Mc. Connell Sanders, quien limitó sus investigaciones a la composición de este producto y al estudio de su blanqueo y propiedades de la cera.

Dicho señor dice:

"Esta cera es menos dura y menos quebradiza que la de carnauba, y fundida es más viscosa que ella; es más dura y más quebradiza que la de abejas, y más bien tiene apariencia de resina que de cera.

"Las propiedades de la cera varían, especialmente, según la época del año en que ha sido recogida la planta, y su edad y origen. En la tabla siguiente se encuentran las constantes físicas y químicas obtenidas con distintas muestras de cera:

	Límite de variación
Densidad a 15° C	de 0.9820 a 0.9856
Indice de refracción, 85° C	„ 1.4545 a 1.4626
Acidez (milígramos de KoH)	„ 12.73 a 18.11
Cifra de saponificación	„ 35.0 a 86.50
Cifra de Reichert-Meissl	„ 0.53 a 7.69
Absorción de yodo	„ 14.42 a 20.40%
Materia no saponificable	„ 76.7 a 77.27%
Proporción de hidrocarburos	„ 42.49 a 59.70%
*Hidrógeno desprendido por la descomposición de alcoholes, 0° y 760 mm	35.35 c. c.

"Por lo común la cera de invierno tiene más alto el punto de fusión, la densidad, la acidez, la cifra de saponificación, la absorción de yodo, y la riqueza en hidrocarburos; menos cantidad de ácidos volátiles y color más obscuro.

"Para aislar los hidrocarburos con el propósito de descubrir su composición química, se tomó el resíduo del tratamiento de la cera con cal potasada, es decir, la cera libre de alcoholes su-

periores de la serie grasa, y se trató por alcohol absoluto y bencina, para disolver los hidrocarburos.

"Después de filtrada esta solución se evaporó y se hizo cristalizar varias veces, y el producto se trató en seguida con anhidrido acético en presencia del acetato de sodio anhidro, para descomponer toda huella de alcoholes superiores.

"Este dato se refiere a una cera de plantas recogidas en verano.

"El producto, cristalizado varias veces previa solución en bencina y éter sulfúrico, dió una substancia blanca, cristalina, con punto de fusión casi constante entre 67° y 68° C.

"El análisis elemental de este producto dió el resultado siguiente:

	A	A.
Carbono................ .:	84.59 %	85.47 %
Hidrógeno........................... ...	14.03 %	14.12 %

"Una determinación del peso molecular por el método ebullioscópico dió el número 511; de manera que es probable que la fórmula del producto aislado esté comprendida entre $C_{31} H_{64}$ y $C_{35} H_{72}$; es decir, entre el hentriacontano y el pentriacontano de la serie de las parafinas, y no es imposible que se trate de una mezcla de varios de estos hidrocarburos saturados.

"La cera se disuelve facilmente en cloroformo, éter sulfúrico caliente, bencina y esencia de trementina. El alcohol absoluto disuelve 65% en caliente, y la parte que no lo hace se funde a 68° C., y está compuesta, principalmente, de hidrocarburos.

"'Parece que las plantas que han vegetado cerca de las costas, contienen menos cera y más látex cauchífero que las del interior del país, lo que quizá depende de la alta temperatura y exceso de humedad en que se han desarrollado.

"En el Boletín Imperial de Londres se ha publicado un análisis de la cera de candelilla, y los señores R. F. Hare y A. P. Bjerregaard han publicado otro en "The Journal of Industrial and Engineering Chemistry" de los Estados Unidos, que difieren entre sí y con el consignado anteriormente, como puede verse comparándolos con ellos, para lo cual se copia aquí:

PUNTO DE FUSION	Instituto Imperial	Hare y Bjerregaard
Punto de fusión	77°4	67° a 68°0
Densidad a 15°	0.9473	0.9825
Cifra de saponificación	104,1	64.9
Acidez	0.03	12.4
Absorción de yodo	5.28 %	36.8 %
No saponificable	....	91.2 %
Materia mineral (ceniza)	....	0.34 %
Acidos grasos	....	6.57 %
Indice de refracción	....	1.4444 a 71°C.

"Comparando estos análisis, se llega a pensar que el publicado por el Instituto Imperial se refiere a una cera sumamente impura, o no extraída de la candelilla. El de Hare y Bjerregaard es muy parecido al del señor Sanders y las diferencias observadas se deben quizá a la manera como estos señores han preparado la *muestra por cristalización* en el alcohol, y también a que se trata de una cera derivada de una sola variedad de la planta.

"En el "Chemist & Druggist" de Londres, correspondiente al 6 de agosto de 1910, se lee lo siguiente: "Según el Cónsul Americano en Hamburgo, los fabricantes de dicha ciudad no consideran la cera de candelilla mexicana igual a la de carnauba, para los usos industriales, sino únicamente para la fabricación de grasa para zapatos. La cera de candelilla se vendía en Hamburgo al precio de 155 marcos por 100 kilos, pero se prefiere siempre la carnauba. Los fabricantes de velas no la aceptaban porque se funde a 75° y la carnauba entre 83° y 91° C; pero el bajo punto de fusión de la cera de candelilla es ventajoso para la fabricación de grasa, aunque para lograr su aceptación sea necesario probablemente que se obtenga a precio más bajo que la carnauba.

"Además de la ventaja proveniente de la temperatura de fusión, tiene la cera de candelilla, para la fabricación de betún y grasa para zapatos, la cualidad de presentar superficie muy dura y brillante, y por su viscosidad no deja evaporar fácilmente la esencia de trementina ni los otros disolventes que de ordinario se emplean para estos preparados.

"Puede también aprovecharse la citada cera para fabricar barnices, sobre todo de color, pues después de haberse evaporado los disolventes de ellos, queda una superficie brillante, resistente y duradera."

El señor Mc. Connell Sanders cree que la cera de candelilla, sola o mezclada con caucho o gutapercha, puede utilizarse con

gran provecho como aislador, para aparatos eléctricos. Las mezclas citadas tienen consistencias que pueden hacerse variar mucho, y se disuelven en cloroformo, bencina y bisulfuro de carbono, lo que facilita demasiado su empleo en forma de barniz o de esmalte, para la fabricación de dinamos y otros aparatos eléctricos.

Muchas observaciones han confirmado que la cantidad de cera contenida en la planta es por término medio de 5 %, cantidad más que el doble de la obtenida por los industriales, pero hay que tener en cuenta que en el laboratorio se manipuló sobre la planta seca y los industriales operan sobre la planta fresca.

Varios medios se emplearon para determinar el tanto por ciento de cera contenido en la candelilla y consistieron en el uso de diversos disolventes. El primero que se empleó fué el alcohol, en caliente, o bien en el aparato de Soxhlet. Tiene el uso de este disolvente una gran ventaja, y es que en caliente, disuelve tanto la cera como la resina, pero por el enfriamiento, la cera se precipita y la resina queda en solución, de tal manera, que por la filtración es posible separar los productos, y si económicamente fuera conveniente, este medio proporcionaría una cera, si no blanca, sí de color muy claro y por medio de lavados sucesivos y numerosos de la cera retenida en el filtro, se obtendría finalmente el blanqueo, pero el costo del disolvente, comparado con el del producto, hacen que sea poco viable tal medio. Quizá bien calculado este procedimiento resulte más eficaz y menos costoso, pues el alcohol con poca pérdida se recupera por destilación.

A pesar del número de observaciones que se han practicado y que parecen establecer que el mejor disolvente para hacer la extracción de cera es la gasolina, es posible, sin embargo, que el disolvente verdaderamente industrial, sea el alcohol y con él se practica la operación de la manera siguiente:

Desmenuzar la planta, colocarla en un aparato que podría ser una caldera de cobre o de fierro, en donde se podría calentar con alcohol, agregando un condensador de reflujo; en seguida colar el residuo, y prensarlo si es posible y después del enfriamiento hacer la centrifugación para recoger, por una parte, la cera retenida por la centrífuga, y el alcohol con las resinas en disolución, someterla a la destilación, por medio de la cual se recuperaría casi todo el alcohol y se obtendría un resíduo de resinas.

El combustible podría ser los mismos resíduos de la planta sobrantes de manipulaciones anteriores, después de haberle quitado todos los productos que hemos de mencionar.

Esta separación puede hacerse de una manera industrial, y al efecto, una vez precipitada la cera, fué llevada a las centrífugas y filtrada al través de un lienzo húmedo, habiéndose logrado por el movimiento de rotación y centrifugación, retener la cera dentro del lienzo y separar el alcohol con las resinas en solución (el uso de lienzos secos dió resultados negativos).

Después del alcohol, el disolvente que se usó fué la esencia de trementina, substancia en la cual la cera es muy soluble, pero no lo es menos la resina y además de este inconveniente, tiene el muy grave de la dificultad con la cual destila dicho líquido, que exige: o una temperatura muy elevada, o el uso de aparatos en que se pueda hacer obrar el vacío, lo cual es costoso y no está en manos de todos los industriales. Por tal motivo y por el costo del disolvente, fué desechado.

Se pensó en seguida en el uso de la gasolina, producto que abunda en el país, y es el que se ha adoptado como el más conveniente. De ésta se ha hecho uso en un aparato ideado especialmente para el beneficio de la candelilla, por el Señor Ingeniero Abraham Ferriz Saviñón (figura número 3); es un extractor de marcha intermitente que permite agotar grandes cantidades de planta y recuperar el disolvente.

La primera operación consiste en poner la candelilla o planta que se desea agotar en el cesto que va dentro del extractor, en seguida se vierte gasolina en cantidad de 31 litros que es la capacidad del depósito, se cierra el extractor con sus tapas y sus tornillos-prensa, cuidando de que esté perfectamente cerrado; en seguida se pasa vapor de agua al extractor, hasta llegar a una temperatura de 70°, con el objeto de que posteriormente no pase de 80°, cuidando de mantenerla así por espacio de 20 minutos.

La introducción del vapor al extractor se hace de la manera siguiente: se abre la llave de globo A, que se encuentra a la derecha del alambique y antes de la válvula de seguridad, se abre la llavecita (a) que está cerca de la anterior y que tiene por objeto purgar de agua el aparato; hecho esto, se vuelve a cerrar y se abre la llave (b) que se encuentra a la izquierda en la parte inferior del extractor; en seguida se abre la llave de globo B, colocada a la derecha del extractor, por la cual penetra

el vapor a la *chaqueta,* de la cual sale por el lado opuesto e inferiormente abriendo la llave (c) que da paso a la *trampa* colocada en el suelo y que tiene por objeto economizar vapor y purgar de agua los tubos.

Como durante la operación una parte del disolvente que se encuentra en el extractor se evapora a causa de la temperatura, se da salida a los vapores por el tubo grueso que se encuentra arriba y al frente del extractor, el cual lleva una llave macho (1), y sube hasta el depósito del agua fría, en donde se encuentra un serpentín que efectúa la condensación de los vapores salidos del extractor según se ha indicado. Para que dichos vapores penetren al serpentín debe abrirse la llave macho (2), colocada superiormente. El condensado se va reuniendo en un depósito llamado tambor, colocado a la derecha, el cual se encuentra vacío, en tanto que otro semejante colocado a la izquierda deberá haberse llenado anticipadamente con objeto de tener disolvente preparado para un segundo lavado. La introducción del disolvente condensado al depósito de la derecha, se hace abriendo la llave de globo C que está a la derecha del crucero del tubo de salida del serpentín; como en este depósito se ha hecho el vacío con anticipación, absorberá con facilidad el líquido condensado, pudiéndose observar la cantidad que va penetrando por medio del tubo de nivel colocado al frente. El vacío se hace abriendo la llave (d) que corresponde al tubo destinado a dicho objeto.

El primer lavado se hace con la carga de disolvente que se pone en el extractor, dura 20 minutos y en seguida se pasa el disolvente cargado de materias disueltas al alambique, para lo cual se abren las llaves de salida D y las de entrada E y (e) cuando haya terminado esta operación se abre la llave F que sirve para la entrada de vapor a la chaqueta así como la llave (f) destinada a la descarga y que comunica con la *trampa.* Debe observarse la temperatura en el termómetro que se encuentra colocado en la parte superior del alambique, para que la temperatura del vapor se mantenga entre 70° y 80°; se da por terminada la operación, cuando se agota el disolvente por haberse transformado en vapores que van a dar al serpentín en donde se condensan y se reunen en el depósito de la izquierda del cual se ha extraído el disolvente que previamente se le había puesto para llenar con él de nuevo el extractor y proceder a un segundo lavado cerrando antes la llave de vacío (g).

EXTRACTOR
"FERRIZ"

Disolvente
Vapor y Disolvente
Agua
Vacuómetro
Vacio
Manometro
Disolvente
Muestras Disolvente
Vapor
Agua
Vacuómetro
Manómetro

TALLERES GRAFICOS DE LA NACION.

El segundo lavado principia como se ha dicho, cuando se ha evaporado la primera carga de disolvente que ha pasado al alambique. Para volver a llenar el extractor, se hace uso del disolvente que se encuentra según se ha dicho, en el depósito de la izquierda y para ello se hace lo siguiente: se ve que esté abierta la llave macho (1) del tubo grueso condensador que comunica con el extractor, en seguida se abren las llaves G y H que dan salida al disolvente y se cierran cuando el líquido ha pasado al extractor, sirviendo de guía el nivel que tiene al frente; las llaves machos (1) y (2) deberán permanecer abiertas para que den paso a los vapores que han de ser condensados y reunidos en el depósito correspondiente. Se volverá a inyectar vapor en la chaqueta del extractor, repitiendo la operación como la primera vez, vigilando de la misma manera la temperatura, y después de 20 minutos de ebullición, se hará pasar el disolvente al alambique en donde se destilará el disolvente para recuperarlo por medio de la condensación en los depósitos antes mencionados; para guía de esta operación es conveniente observar la marcha de la ebullición, haciendo que no sea tumultuosa, por el vidrio que se encuentra en la parte superior del capitel del alambique, cuando la ebullición sea muy tumultuosa, se abrirá la llavecita (h) colocada en la parte inferior del tubo del manómetro de vacío llamado vacuómetro. Cuando termine la evaporación del líquido se cierra la llave de vapor y se abre la llave Y que sirve para la entrada del vapor directo y se encuentra colocada en comunicación con los tubos condensadores que sirven para hacer el vacío en el alambique. En seguida se hace llegar vapor directo con el doble objeto de lavar las substancias y hacer completa la evaporación del disolvente.

Después de estos lavados se practica una operación que tiene por objeto extraer las substancias que se han quitado a la planta para lo cual se hace lo siguiente: se saca el agua condensada, abriendo la llave de aire (h) y cerrando la llave macho del tubo condensador que comunica con el serpentín, con objeto de interrumpir el vacío en el interior del alambique, habiéndose cerrado previamente la llave que conduce el vapor directo, después se abre la llave J que da salida al agua que se encuentra en la parte inferior del alambique, cuando ésta ha salido se vuelve a cerrar la llave, se abre la que lleva el vapor a la chaqueta para que por la acción del calor se reblandezcan las substancias extraídas y

una vez que ésto se logra, se vuelve a cerrar la llave de vapor y a abrir la que da salida al agua, por la cual saldrán las substancias extraídas ya reblandecidas. El vapor directo conviene hacerlo actuar por espacio de dos horas.

Una operación intercurrente que debe practicarse durante el funcionamiento del aparato, es la que se ha denominado "toma de la muestra," para lo cual se abre la llave K de vacío del aparato *tomador*, así como la llave del tubo conductor del líquido, colocada en la parte inferior y en la cruz del serpentín, se mantienen abiertas por poco tiempo, en seguida se cierran y se abre la llave destinada a la salida de la muestra que está colocada en la parte inferior del aparato.

La gasolina disuelve bien la cera. El mismo disolvente se ha querido emplear en caliente y verificar luego la precipitación por medio del agua.

Haciendo uso del aparato indicado y de la gasolina, es como se ha obtenido la mayor cantidad de cera estudiada en el laboratorio, pero dicho disolvente tiene como los anteriores, el inconveniente de arrastrar resinas, aunque en mucho menor proporción que otros disolventes, como el éter sulfúrico, la bencina, etc.

Así pues, los disolventes anteriormente mencionados, disuelven la cera y la resina de la planta; es forzoso hacer su separación y esto constantemente se ha practicado por medio del alcohol, el cual, ya hemos dicho, en caliente disuelve cera y resina y por el enfriamiento precipita la cera y conserva la resina en solución. Pero debe hacerse mención de este hecho; siempre que se trata una mezcla de cera y resina por medio del alcohol, hay una cantidad relativamente grande que se disuelve fácilmente en este vehículo y otra porción que permanece en el fondo con una consistencia blanda durante el calentamiento y que se disuelve con una lentitud desesperante, necesitándose para la identificación de esas porciones, el uso de muchas partes sucesivas de alcohol, pero a la vez, se ha podido observar que ese resíduo resistente a la acción del alcohol, es casi en su totalidad, cera fuertemente colorida por clorofila. Después del enfriamiento sigue la separación por los medios antes dichos.

Estudiar el problema de separación de estos productos, ha preocupado hondamente la atención del laboratorio, pues de la economía con que se verifique, dependerá el éxito comercial de la explotación de la candelilla. Se puede hacer una comparación

entre el precio de la cera y la cantidad que se obtiene, a pesar de los gastos que trae consigo la separación.

Llama la atención que el señor Sanders no haga ninguna mención de la resina que invariablemente acompaña a la cera, y probablemente esto depende de que hizo la extracción del producto, siguiendo los medios industriales de los campesinos del Norte, pero como hemos dicho, aún así el producto arrastra cierta cantidad de resina.

No se obtiene una cera que pudiéramos llamar químicamente pura, pero sobre ejemplares con menos de 1 % de resinas y sin humedad se han hecho los siguientes estudios: determinación del punto de fusión; densidad y acción de los disolventes.

Es esta cera soluble en alcohol amílico, estílico y metílico en caliente, en esencia de trementína, éter sulfúrico, éter de petroleo, sulfuro de carbono, bencina, cloroformo y acetona.

En aceite lampante de petróleo también es soluble la cera en las proporciones siguientes:

A la temperatura ordinaria	0.70 %
a 20°	2.90 ,,
30°	8.00 ,,
40°	12.5 ,,
50°	16 ,,
70°	33 ,,
80°	72 ,,

A temperaturas más elevadas disuelve cantidades más fuertes de cera, pudiendo decirse de este disolvente, lo mismo que de la esencia de trementina, que la disuelve en todas proporciones.

El alcohol a 85° disuelve:

En frío, huellas.

A la ebullición. 7,60.

Alcohol a 90°.

En frío, huellas.

A la ebullición, 9,10.

La cera se precipita tan luego como baja la temperatura.

La gasolina lo mismo que la esencia de trementina, disuelve la cera en caliente en todas proporciones y después del enfriamiento retiene el 4 %.

En la bencina, la solubilidad de la cera es como sigue:

En frío.	1 %
A la ebullición.	10,3 %

En éter sulfúrico se disuelve 1% en frío y 1,10 en caliente.

El calor altera la cera a la temperatura de 100°, haciéndola de color obscuro, explicando ésto, hasta cierto punto, la dificultad de obtenerla blanca.

La cera abunda en la frontera Norte, y muestras que recibimos de manos del señor Cárdenas, tienen la composición siguiente:

Humedad	1%
Cera	83 ,,
Resina	14 ,,

Los análisis que se han practicado sobre numerosas muestras de candelilla traída de diversas regiones del Norte, dan el promedio siguiente: de cera, 5%, en la planta seca, habiendo determinado que la humedad de la planta es de 52%.

También se estudió una muestra de candelilla, traída de la ciudad de Nuevo León, en la que se encontró 5.20% de cera.

Se ha recibido una muestra de candelilla de Oaxaca, en la que se encontró la siguiente composición:

Humedad	64.00%
Cera	0.90 ,,
Resina	5.60 ,,

El estudio de la decoloración de la cera de candelilla, ha merecido una atención detenida. Se principió por repetir el procedimiento indicado por el señor Sanders, de fundir la cera en un embudo de metal, mezclándola con carbón animal. Este procedimiento que blanquea notablemente la cera obtenida industrialmente por medio de la ebullición, resulta poco satisfactorio, tratándose de la cera obtenida por disolventes que arrastren fuerte cantidad de clorofila. Así es que se acudió a medios más enérgicos de decoloración, que han sido los siguientes:

1.° Tratar en caliente la mezcla de cera y resina, por alcohol; enfriar, filtrar y hacer numerosos lavados con alcohol a la cera retenida en el filtro. Este procedimiento blanquea bastante la cera, pero es lento y costoso. Como simple observación mencionaremos el hecho de que la cera retenida en el filtro, tiene un color blanco perfecto, pero por la fusión toma un color gris.

2.° La mezcla de resina y cera, fué disuelta en esencia de trementina y expuesta a la acción de la luz solar por muchos días, lográndose de esta manera la desaparición del color verde, que fué substituído por un color amarillo. Entonces se procedió a la evaporación de la esencia de trementina y se practicó la separación de resina y cera, procedimiento más costoso y aún más largo que el anterior, para purificarla. Sanders, recomienda filtrarla caliente, por carbón animal, para lo cual se coloca éste mezclado con viruta de hierro, que sirve para conducir el calor, en un recipiente de hierro, también de forma cilíndrica con paredes dobles, para que entre ellas circule vapor que le proporcione constante calor.

La cera obtenida se divide en capas delgadas y se expone por 15 días al sol, rociándola por intervalos con una mezcla de partes iguales de alcohol y esencia de trementina, 5% de ácido oleico.

3.° La planta pulverizada toscamente, se expuso a la acción de la luz solar por más de 15 días, lográndose de esta manera destruir la mayor parte de la clorofila y obtener soluciones ligeramente verdosas o amarillas.

Es uno de los medios más prácticos, pero que no deja la cera enteramente blanca.

4.° Se trató una mezcla de cera y resinas, tanto por bisulfito de sodio, como por gas sulfuroso, que se hizo pasar a través de la cera fundida, sin lograr por este medio una decoloración completa.

5.° Se fundió la cera en agua y se hizo pasar una corriente de cloro, la cual dió un resultado contraproducente, pues obró con tal energía, que la cera tomó un color negro.

6.° Fundiendo también la cera en el seno del agua, se añadió solución de permanganato de potasio y ácido sulfúrico diluído; después de la ebullición se obtuvo una cera decolorada incompletamente, pero de ella fué muy difícil separar un depósito de bióxido de manganeso, que solamente por filtración en caliente pudo quitarse.

7.° A la cera fundida se añadió bióxido de manganeso y carbón animal, sin lograrse la desaparición del color verde.

8.° Al agua sobre la cual se hizo fundir la cera se añadió previamente, en una experiencia ácido nítrico, en otra, ácido clorhídrico y en otra, agua regia. Los tres agentes decoloran notablemente el producto, sin lograr obtenerse la blancura de la

cera de abejas. El ácido clorhídrico es el que obra con más rapidez y mejor. El ácido nítrico deja un producto de color amarillo. El bromo, obrando en las mismas condiciones, es decir, añadiéndolo al agua sobre la cual se encuentra la cera fundida, la decolora bastante. De todos estos medios, los que han dado mejores resultados es la acción del ácido clorhídrico y consecutivamente la acción de la luz solar sobre la cera convertida en láminas delgadas.

Los mismos agentes decolorantes empleados sobre la cera fundida, pero sin agua, la alteran profundamente, de manera que se obtiene un producto a veces muy blanco y sin la consistencia propia de la cera; particularmente es notable la facilidad con que se disgrega en polvo por la menor presión. Otro medio empleado con satisfacción, es el de fundir la cera sobre una solución de clorato de potasio al 3% y añadir a la temperatura de la ebullición pequeñas cantidades de ácido clorhídrico.

El bicromato solo, o con ácido sulfúrico no dió resultado.

Sobre los ejemplares de cera menos impuros que se han podido obtener, se ha determinado la densidad que es de 0'766 y el punto de fusión, que es de 72°C.

En ejemplares de candelilla de la Baja California se encuentra:

Humedad	5.30%
Cera	5.80 „
Resina	3.68 „
Gomas, no dosificadas.	
Tanino, no dosificado.	

La cera funde entre 72°-75°.

Para establecer cuál es el mejor disolvente, se ha hecho una serie de análisis que entre otros datos han proporcionado los siguientes:

20 gramos de candelilla dieron:

Con alcohol	4.50% de cera	22.65% de resina
Con gasolina	5.00 „ de cera	24.20 „ „ „
Con esencia de trementina	5.34 „ „ „	24.54 „ „ „

Lo cual hace ver que son la gasolina y la esencia de trementina los mejores disolventes. Sin embargo, el alcohol en caliente o bien en aparato de reflujo, puede disolver bien la cera de la candelilla.

La solubilidad de la cera con gasolina es:

A 0°	0.586
A 5°	0.960
A 10°	1.290
A 15°	1.370
A 20°	2.469
A 25°	3.890
A 30°	4.250
A 35°	6.160

Coeficiente de solubilidad en bencina.

En frío	1 %
A la ebullición	1.03 „
En gasolina:	
En frío	3.18 „
A la ebullición	12 „

Después de estudiar la cera se fijó la atención en las resinas, habiendo encontrado un promedio de 22% de resinas en la planta seca, o sea aproximadamente el 11% en la planta húmeda. Esta resina se supuso en un principio que estaba formada por dos diversas resinas, siendo la causa que al hacer la extracción, los productos resinosos resultaban mezclados con clorofila, y en la secuela de manipulaciones para quitar los disolventes se obtenían dos porciones bien separadas en el mismo residuo, una superior, de color verde, y otra inferior, de color amarillo rojizo; pero en el estudio de la decoloración se viene en conocimiento de que solamente existe una resina, pues cuando la luz del sol ha obrado largo tiempo sobre una solución verde de resinas, se obtiene un residuo uniforme de color amarillo rojizo y las resinas no se separan en dos porciones. Esta resina se ha procurado obtenerla lo más pura que ha sido posible, siendo de color amarillo rojizo, inodora, un poco acre, arde fácilmente y da una llama humeante, es fácilmente soluble en los disolventes neutros y presenta las reácciones siguientes:

El ácido sulfúrico da color rojo obscuro.

El ácido sulfúrico y el percloruro de fierro, color verde.

El ácido sulfúrico, nítrico y fénico, color rojo vivo.

El ácido sulfúrico y fénico, rojo obscuro, que por el calor da un olor particular, que sin embargo no es igual al de la cumarina.

Se procede, para preparar las resinas, agotando la planta en aparato de reflujo por alcohol, filtrando después en caliente y dejando enfriar para separar la cera; en seguida se vuelve a filtrar, precipitando el líquido alcohólico por un exceso de agua, esperando 24 horas para que la resina se reuna y se apresura el fenómeno por adición de sulfato de aluminio y potasio en solución y en cantidad muy corta; se decanta y se seca la resina hasta

peso constante. Con la resina pura se procede a estudiar su composición.

1 gramo de resina (que es enteramente soluble en alcohol) se disuelve en éter sulfúrico y se trata la solución, sucesivamente por carbonato de amoníaco, carbonato neutro de sodio y sosa cáustica, en soluciones al 1%; los líquidos son agitados en un embudo de separación para ser separados y los líquidos acuosos tratados por ácido sulfúrico diluído, dan un depósito de resina que corresponde a las resinas ácidas, que existen en la proporción de 1'70% en la resina. Esto demuestra que la resina de candelilla no es propiamente un ácido-resina, a cuyo grupo corresponden las benzo-resinas, las umbelífero-resinas y las terpeno-resinas. Esto, no obstante, comprueba que la reacción es ácida.

La solución etérea, sin las resinas ácidas fué evaporada hasta sequedad, habiéndose observado que no hay aceite esencial; el residuo se disolvió en alcohol y se trató con solución alcohólica de potasa cáustica, para saponificar las resinas-esteres, operación que se hizo en aparato de reflujo por 30 minutos; se filtró para separar las resinas no atacadas y el líquido filtrado se trató con ácido sulfúrico diluído, se precipitaron las resinas-esteres, cuya proporción fué de 10,20% de las resinas totales.

En estas resinas se buscaron los ácidos benzoico, cinámico y salicílico, obteniéndose resultado negativo, concluyendo que son diversos de éstos los que forman los esteres.

Se procedió a determinar el índice de Koettstorfer, tomando otra muestra de resina que se saponificó con solución decinormal alcohólica de potasa, calentando en aparato de reflujo media hora, habiendo puesto una cantidad conocida de licor (30 cc.) después del enfriamiento se valoró el residuo de licor no neutralizado por ácido sulfúrico $\frac{N}{10}$ habiéndose obtenido el número 113'4000, y el valor de resinas esteres, 106'7109.

Las resinas no atacadas, se sometieron a la acetilación en aparato de reflujo, hasta que se resistieron a ser atacadas por el ácido acético cristalizable y el acetato de sodio anhidro, se separó el ácido acético que arrastró las resinas-alcoholes que forman el 24% de las resinas se determinó por los reactivos, si estas resinas-alcoholes corresponden a los resinoles o a los resinotanoles, habiendo encontrado que dan las reacciones de estas últimas.

La parte no metilada e inatacable por todos los reactivos empleados, es de resenas en la proporción de 63'30%.

Resumen de la composición de la resina:

Resinas ácidas	1.70%
Resinas esteres	10.20 „
Resinas alcoholes (resinotanoles)	24,80 „
Resenas	66.30 „
	100.00
Indice de Hubl	91.40
Indice de saponificación	113.40
Valor ácido	3.24
Valor acetilo	9.46
Densidad	1008

La resina se disuelve en todas proporciones en éter, en esencia de trementina y en alcohol a 96°. En alcohol a 90; en caliente 87; en frío 21%. En alcohol a 85: en caliente 13'75; en frío 7'08%. En gasolina; 0.64 en frío y 0.71 en caliente.

La resina tratada por benceno se filtró y el filtrado se puso en contacto de una mezcla de ácido sulfúrico 20, ácido nítrico una gota, lo cual produjo un color rojo vivo, reacción que Herail fija al euforbon. Además por ser soluble en éter y no enturbiar la solución el alcohol, por no dar umbeliferona, por dar además el olor benzoado y tener reacción ácida, se concluye que tiene el principio mencionado, como lo hacía esperar el hecho de pertenecer a las Euforbiácieas.

Esta resina es susceptible de aplicaciones industriales de grande importancia; prescindiendo de la acción purgante que tiene, la industria puede aprovecharla para la fabricación de barnices, y al efecto, se han preparado y usado varios de ellos, siendo los mejores, los hechos con esencia de trementina y aplicadas con brocha. Se mejora mucho la calidad del barniz usando la resina mezclada con otras semejantes, o bien con adición de aceite de linaza, cosa que nada mengua su importancia, pues consultando manuales que se ocupan de la fabricación de barnices, vemos que la mayor parte de las resinas están asociadas con aceites secantes, o bien, varias entre sí. Posteriormente a nuestras observaciones, he tenido noticia de que ya algunos industriales americanos se han ocupado de hacer barnices para coches y automóviles, en los cuales entra la resina de candelilla.

El señor Cordero se ha encontrado que la planta tiene goma y como en la planta fresca, al cortarla brota un latex, debe concluirse que lo que en realidad tiene la candelilla, es una gomo-resina. Como en la resina predominan las resenas y los resinotanoles, es una resina propia para barnices.

Para quitar las gomas del cocimiento concentrado, se precipita por alcohol en abundancia, colectando sobre filtro la goma obtenida, después de 24 horas de permanencia en el medio en que se precipitó. Se lava con alcohol acidulado por ácido clorhídrico y se somete a la desecación.

El cocimiento acuoso se trata por subacetato de plomo, hasta que no precipite; se pone la masa obtenida en suspensión en agua y allí se hace pasar una corriente de hidrógeno sulfurado. Se filtra para retener el sulfuro de plomo producido y el líquido clarificado, por repetidas filtraciones se evapora, cuidadosamente hasta sequedad. La goma se tiene con el aspecto de escamas hialinas, casi incoloras, el ligero tinte ámbar lo pierde por contacto, en su disolución acuosa con carbón. Comunica afrosidad al agua y la hace adhesiva, pudiendo servir, en consecuencia, como apresto. Encontrará aplicación en medicina, como pectoral y emoliente. Su polvo, ligeramente amarillo, puede substituir a las gomas arábiga y de mezquite, para la preparación de mucílagos.

También contiene la candelilla tanino, en cantidad no despreciable y dotado de propiedades curtientes tales, que pieles sumergidas en cocimientos o en extractos acuosos de candelilla, han sido curtidas perfectamente en unas cuantas horas.

En una muestra de extracto de candelilla, preparado al vacío, se dosificó el tanino por dos procedimientos.

Valorado por el procedimiento internacional, se encontró que contiene 2.50%. El método de Leewenthal dió cifra diversa.

El tanino se encontró ser ácido galotánico.

En el residuo de candelilla que había sido agotado por esencia de trementina y en el cual se encontró el tanino glucosídico, se observó que por la acción de la amigdalina, se produce un olor ciánico, lo cual hace pensar en la existencia de alguna enzima semejante a la emulsina.

Se investigó la existencia de caucho agotando una porción de candelilla por acetona, tratando este licor por alcohol, y recogiendo, el precipitado, que lavado con alcohol presenta todas

las propiedades del caucho, se pesó y resultó existir en la proporción de 0.04%.

En los días en que se hacía el estudio de la gobernadora, cuya acción desincrustante es bien conocida, se estudiaba el tanino de la candelilla y de aquí provino el que se pensara en observar si esta planta podría llenar el mismo papel, y a este efecto, en un cocimiento de candelilla se añadió sulfato de calcio, se filtró y se añadió alcohol al líquido filtrado, obteniéndose un precipitado de calcio que seguramente fué disuelto por la candelilla. Por otra parte se valoraron los sulfatos del cocimiento de candelilla, obteniéndose la cifra de: 0.0878.

En seguida se hizo nuevo cocimiento con adición de yeso, se filtró y se valoraron los sulfatos que pasaron el filtro y que pesaron 0.594, cantidad correspondiente a los sulfatos de la planta, más el de calcio disuelto; se vió además que durante la ebullición no se formaron sulfuros, cosa que comprobó que los sulfatos simplemente fueron disueltos, sin alteración.

La misma planta obra sobre el carbonato de calcio del cual disuelve 0.44%.

Esto y la experiencia, demuestra que la candelilla es desincrustante.

Incinerada la planta, dió 8.140% de cenizas compuestas de:

Cloruro de sodio	11.30	%
Sulfato de sodio	3.00	„
Carbonato de calcio	49.20	„
Sílice	15.00	„
Sales de potasio	3.00	„
Fierro	0.64	„
No dosificado	17.860	„

Además, con la resina se ha preparado lacre que resultó de calidad aceptable.

El profesor Miguel Cordero hizo uso del tricloretileno como disolvente para la extracción de la cera y resina de la candelilla, habiendo obtenido los resultados siguientes:

Cera	5.90%
Resina	1.30%

La operación se hizo tres veces en el aparato "Ferriz." En la primera se puso una carga de 2075 grs. de candelilla seca; en la

segunda 2500 grs. y en la tercera 2500, o sea un total de 7075 grs. de planta, que dieron 417.43 de cera y 91.96 grs. de resina.

El experimento anterior demuestra la conveniencia de usar el disolvente indicado para obtener un máximo de cera, pues en tanto que con los disolventes antes mencionados se obtuvo como cifra máxima un 5% de cera, operando sobre planta seca, con el tricloretileno casi se obtuvo una sexta parte más, o sea un aumento de 0.90%. Además, este disolvente arrastra poca resina; pero puede obtenerse toda la que tenga la planta haciendo una lixiviación posterior con alcohol.

Como la cera industrial obtenida por los campesinos, se encuentra acompañada de más del dos por ciento de resina, y así la emplean industrialmente para la fabricación de grasa para calzado, puede emplearse la obtenida con el tricloretileno, siendo preferible usar el producto del agotamiento con el aludido disolvente, puesto que tiene menor cantidad de resina. Desgraciadamente el tricloretileno, cuando menos por hoy, es un disolvente relativamente caro, lo que es de lamentar porque a su importancia como disolvente se adiciona el hecho de no ser inflamable.

El señor Cordero se propone usar el benzol como disolvente, cuyo precio en México puede ser de doce centavos el kilo, tomando de alguna fábrica establecida en Nueva York, cantidades relativamente grandes.

En buenos aparatos de recuperación puede limitarse la pérdida de disolvente hasta en menos de 1%. Conocemos los modelos de la firma The Brecht Company, cuyas principales oficinas están en St. Louis Mo., de la que hay agencia en México, y que se asegura son muy eficientes. Estos modelos se aprovechan con disolventes ligeros, tales como: alcohol, gasolina, etc.

La firma Otto Ruf. München.—Nymphenburgerftrasse, 51, proporciona el aparato correspondiente a la figura 4, y que es eficaz para extracción de grasas, cera, resina, etc., etc.

Entre los asuntos que por resolver llevó a Berlín el señor ingeniero don Abraham Ferriz Saviñón, se cuenta el de un aparato recuperador de disolventes, del cual tenemos noticia que se está construyendo un modelo en Alemania, que será utilizado por el Laboratorio Experimental e Industrial.



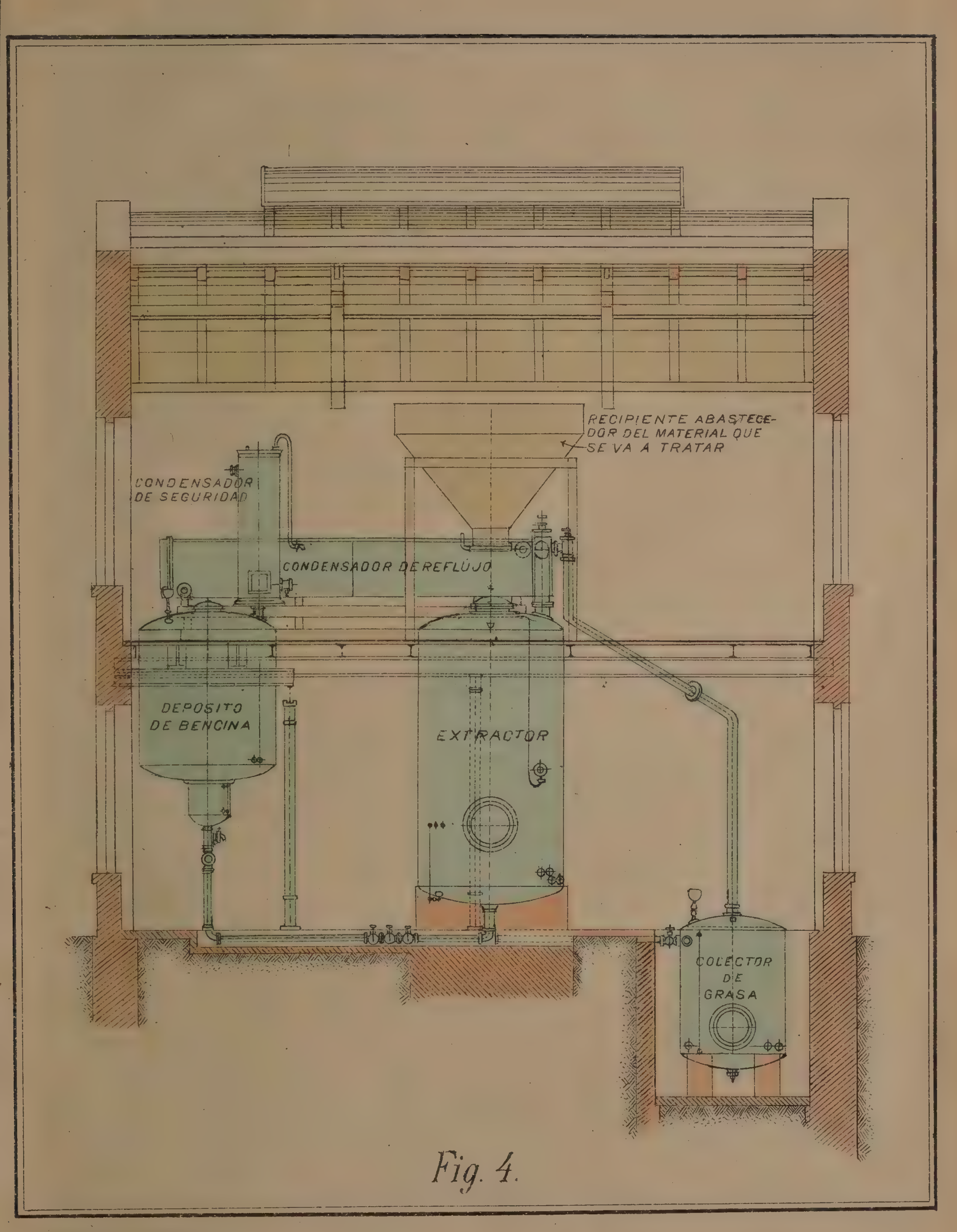


Fig. 4.

TALLERES GRAFICOS DE LA NACION.

